

AN 2009-B45927 [200915] WPIDS Full-text
 CR 2009-B49875
 TI Product useful in the manufacture of epoxy derivatives e.g. epoxy resins
 and in food and drink applications, contains epichlorohydrin and alkyl
 glycidyl ether in specific amount
 DC A21; A41; A97; D13; E13
 IN BALTHASART D; BOULOS N; GILBEAU P; KRAFFT P; BALTASAREU D; BULROSEU N;
 GILBO P; KEURAPEUTEU P
 PA (SOLV-C) SOLVAY & CIE; (SOLV-C) SOLVAY SA
 CYC 123
 PI WO 2008152044 A1 20081218 (200915)* EN 70 [7]
 FR 2917411 A1 20081219 (200915) FR <--
 TW 2009011772 A 20090316 (200979) ZH
 TW 2009011773 A 20090316 (200979) ZH
 CA 2689565 A1 20081211 (201024) EN
 KR 2010031614 A 20100323 (201024) KO
 EP 2170856 A1 20100407 (201025) EN
 MX 2009013533 A1 20100131 (201029) ES
 CN 101743235 A 20100616 (201045) ZH
 US 20100179300 A1 20100715 (201047) EN
 IN 2010CN00056 A 20100604 (201050) EN
 JP 2010529164 T 20100826 (201056) JA 54
 PH 12009502373 A 20081218 (201101) EN
 ADT WO 2008152044 A1 WO 2008-EP57246 20080611; FR 2917411 A1 FR
 2007-55696 20070612; US 20100179300 A1 Provisional US 2007-13672P
 20071214; US 20100179300 A1 Provisional US 2007-7661P 20071214; TW
 2009011772 A TW 2008-121538 20080610; TW 2009011773 A TW 2008-121539
 20080610; CA 2689565 A1 CA 2008-2689565 20080611; CN 101743235 A CN
 2008-80019720 20080611; EP 2170856 A1 EP 2008-760805 20080611; CA 2689565
 A1 PCT Application WO 2008-EP57246 20080611; KR 2010031614 A PCT
 Application WO 2008-EP57246 20080611; EP 2170856 A1 PCT Application WO
 2008-EP57246 20080611; MX 2009013533 A1 PCT Application WO 2008-EP57246
 20080611; CN 101743235 A PCT Application WO 2008-EP57246 20080611; US
 20100179300 A1 PCT Application WO 2008-EP57246 20080611; IN 2010CN00056 A
 PCT Application WO 2008-EP57246 20080611; JP 2010529164 T PCT Application
 WO 2008-EP57246 20080611; US 20100179300 A1 US 2009-663744 20091209; MX
 2009013533 A1 MX 2009-13533 20091210; JP 2010529164 T JP 2010-511620
 20080611; IN 2010CN00056 A IN 2010-CN56 20100105; KR 2010031614 A KR
 2010-700544 20100111; PH 12009502373 A PCT Application WO 2008-EP57246
 20080611; PH 12009502373 A PH 2009-502373 20080611; PH 12009502373 A PCT
 Nat. Entry PH 2009-502373 20091210
 FDT CA 2689565 A1 Based on WO 2008152044 A; KR 2010031614 A Based on WO
 2008152044 A; EP 2170856 A1 Based on WO 2008152044 A; MX 2009013533 A1
 Based on WO 2008152044 A; CN 101743235 A Based on WO 2008152044 A; JP
 2010529164 T Based on WO 2008152044 A; PH 12009502373 A Based on WO
 2008152044 A
 PRAI US 2007-13672P 20071214
 US 2007-7661P 20071214
 FR 2007-57751 20070921
 FR 2007-55696 20070612
 IC ICM C07D0303-08
 IPCI C07D0301-00 [I,C]; C07D0301-00 [I,C]; C07D0301-00 [I,C]; C07D0301-19
 [I,A]; C07D0301-26 [I,A]; C07D0301-26 [I,A]; C07D0301-27 [I,A];
 C07D0301-32 [I,A]; C07D0301-32 [I,A]; C07D0303-00 [I,C]; C07D0303-00
 [I,C]; C07D0303-00 [I,C]; C07D0303-08 [I,A]; C07D0303-08 [I,A];
 C07F0009-00 [I,C]; C07F0009-02 [I,A]; C08G0059-00 [I,A]; C08G0059-00
 [I,C]; C08G0065-00 [I,C]; C08G0065-24 [I,A]; C08G0069-00 [I,A];

C08G0069-00 [I,C]; C08G0079-00 [I,C]; C08G0079-02 [I,A]; C09K0021-00 [I,C]; C09K0021-12 [I,A]; C11D0001-02 [I,C]; C11D0001-12 [I,A]; C11D0001-18 [I,A]; C11D0001-38 [I,C]; C11D0001-62 [I,A]; C11D0001-68 [I,A]; C11D0001-68 [I,C]; C11D0001-72 [I,A]; C11D0001-72 [I,C]; C11D0001-75 [I,A]; C11D0001-75 [I,C]; C11D0001-88 [I,C]; C11D0001-92 [I,A]
 EPC C07D0301-26; C07D0301-28; C07D0301-32; C07D0303-08
 NCL NCLM 528/310.000
 NCLS 528/366.000; 528/398.000; 528/405.000; 549/218.000; 549/514.000
 FCL C07D0303-08; C08G0065-24; C09K0021-12; C11D0001-12; C11D0001-18; C11D0001-62; C11D0001-68; C11D0001-72; C11D0001-75; C11D0001-92
 Main: C07D0303-08
 Secondary: C08G0065-24; C09K0021-12; C11D0001-12; C11D0001-18; C11D0001-62; C11D0001-68; C11D0001-72; C11D0001-75; C11D0001-

92

FTRM 4C048; 4H003; 4H028; 4J005; 4C048/AA01; 4J005/AA10; 4H028/AA35; 4H003/AB20; 4H003/AC03; 4H003/AC16; 4H003/AD05; 4H003/AE02; 4H003/AE06; 4J005/BA00; 4H028/BA06; 4C048/BB04; 4C048/CC01; 4H003/DA01; 4H003/DA02; 4H003/DA17; 4C048/UU03; 4C048/XX03
 AB WO 2008152044 A1 UPAB: 20090311
 NOVELTY - Product containing epichlorohydrin and at least one alkyl glycidyl ether in an amount of less than 0.1 g/kg of product, is new.
 DETAILED DESCRIPTION - An INDEPENDENT CLAIM is included for producing the product.
 USE - In the manufacture of epoxy derivatives such as epoxy resins, glycidyl ethers, glycidyl esters, glycidyl amides and imides, of products which will be used in food and drink applications such as coagulants and wet-strength resins, of cationization agents, of flame retardants, of products which will be used as detergent ingredients, and of epichlorohydrin elastomers (claimed).
 ADVANTAGE - The products i.e. obtained polymers exhibit a molecular weight that is greater than or equal to 5000 (preferably greater than or equal to 10000, especially greater than or equal to 50000).
 TECH POLYMERS - Preparation (Claimed): Preparation of the product involves reacting the compound containing glycerol with hydrogen chloride in the presence of a carboxylic acid, in order to obtain a composition containing
 dichloropropanol and at least one chloro alkoxy propanol in an amount of less than or equal to 0.1 g/kg of composition; and further reacting the composition containing dichloropropanol with a basic agent to obtain the product. The process further involves: reacting a vegetable fat or oil with an alcohol to obtain the compound containing glycerol, under such conditions that ethers of glycerol are formed and are not separated from glycerol; and further subjecting the compound containing glycerol to at least one treatment, optionally under reduced pressure, of evaporative concentration, of evaporative crystallization, of distillation, of fractional distillation, of stripping or of liquid-liquid extraction, to obtain a compound containing glycerol and at least one glycerol alkyl ether in an amount that is preferably less than or equal to 0.6 g/kg.
 Preferred Product: The product is obtained by dehydrochlorination of a composition containing dichloropropanol and at least one chloroalkoxypropanol in an amount of less than or equal to 0.1 g/kg of composition. The composition containing dichloropropanol is obtained by hydrochlorination of a compound containing glycerol and at least one glycerol alkyl ether in an amount of less than or equal to 0.6 g/kg of compound. The product containing epichlorohydrin is subjected to a reaction with a compound containing at least one active hydrogen atom, selected from monoalcohols, monocarboxylic acids, polyols, polyamines,

amino alcohols, polyimides and amides and/or polycarboxylic acids, to obtain epoxy resin or glycidyl ether or glycidyl ester or glycidyl amide or glycidyl imide. The product containing epichlorohydrin is reacted with ammonia, amine, polyaminoamide or polyimine to obtain a product used as a coagulant; or the product containing epichlorohydrin is reacted with polyamine, polyamide or polyaminoamide to obtain a wet-strength resin.

The

product containing epichlorohydrin is reacted with amine and/or amine salt, to obtain a cationization agent. The product containing epichlorohydrin is reacted with a compound selected from phosphoric acid, phosphoric acid salt, phosphorus oxychloride, phosphoric acid ester, phosphonic acid, phosphonic acid ester, phosphonic acid salt, phosphinic acid, phosphinic acid ester, phosphinic acid salt, phosphine oxide and/or phosphine, to obtain a flame retardant. The product containing epichlorohydrin is reacted with a monoalcohol containing 12-16 carbon atoms or an ethoxylated alcohol or with an amine selected from linear alkylamines, branched alkylamines, cycloalkylamines, alkoxyamines, amino alcohols, cyclic amines containing at least one nitrogen atom in a ring structure, alkylenediamines, polyetherdiamines, polyalkylenepolyaminesamine, to produce a detergent ingredient. The product containing epichlorohydrin is reacted with alkylene or phenylene oxide or with alkylene or phenylene oxide and glycidyl ether or homopolymerized, to obtain an epichlorohydrin elastomer. The content of epichlorohydrin is greater than or equal to 900 g/kg of product. The

alkyl

glycidyl ether is methyl glycidyl ether. The chloro alkoxy propanol is selected from 2-chloro-3-alkoxy-propane-1-ol and/or 1-chloro-3-alkoxy-propane-2-ol.

FS

CPI

MC

CPI: A01-E07; A05-A01A; A05-H; A10-E01; D03-H01; D11-A; E07-A03A; E11-A01

AN 150:56659 CA Full-text
 TI Manufacture and use of epichlorohydrin with low concentration of
 halohydrocarbons
 IN Krafft, Philippe; Gilbeau, Patrick; Balthasart, Dominique
 PA Solvay et Cie., Belg.
 SO Fr. Demande, 37pp.
 CODEN: FRXXBL
 DT Patent
 LA French
 FAN.CNT 3

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI	FR 2917411	A1	20081219	FR 2007-55696	20070612 <-
	CA 2689565	A1	20081211	CA 2008-2689565	20080611
	CA 2689204	A1	20081218	CA 2008-2689204	20080611
	WO 2008152044	A1	20081218	WO 2008-EP57246	20080611
	W:			AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW	
	RW:			AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR, BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG, BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW, AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM	
	WO 2008152045	A1	20081218	WO 2008-EP57247	20080611
	W:			AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW	
	RW:			AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR, BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG, BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW, AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM	
	EP 2158191	A1	20100303	EP 2008-760806	20080611
	R:			AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LI, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR, AL, BA, MK, RS	
	KR 2010031614	A	20100323	KR 2010-7000544	20080611
	EP 2170856	A1	20100407	EP 2008-760805	20080611
	R:			AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LI, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR, AL, BA, MK, RS	
	KR 2010036309	A	20100407	KR 2010-7000535	20080611
	JP 2010529164	T	20100826	JP 2010-511620	20080611
	JP 2010529165	T	20100826	JP 2010-511621	20080611
	AR 69265	A1	20100113	AR 2008-102505	20080612
	AR 69266	A1	20100113	AR 2008-102506	20080612
	US 20100168379	A1	20100701	US 2009-663749	20091209

US 20100179300	A1	20100715	US 2009-663744	20091209
MX 2009013533	A	20100127	MX 2009-13533	20091210
CN 101679334	A	20100324	CN 2008-80019527	20091210
MX 2009013657	A	20100127	MX 2009-13657	20091211
CN 101743235	A	20100616	CN 2008-80019720	20091211
IN 2010CN00056	A	20100604	IN 2010-CN56	20100105
IN 2010CN00083	A	20100716	IN 2010-CN83	20100106
PRAI FR 2007-55696	A	20070612		
FR 2007-57751	A	20070921		
US 2007-13672P	P	20071214		
US 2007-7661P	P	20071214		
WO 2008-EP57246	W	20080611		
WO 2008-EP57247	W	20080611		

ASSIGNMENT HISTORY FOR US PATENT AVAILABLE IN LSUS DISPLAY FORMAT

AB Epichlorohydrin (I) with halohydrocarbon content <1 g/kg is manufactured by (a) basic dehydrochlorination of 1,3-dichloro-2-propanol (II)-2,3-dichloro-1-propanol mixts. with II content $\geq 10\%$, (b) decantation of the product containing I and salt from (a) to sep. most of I from the product, and (c) subjection of the I-containing fraction from (b) to ≥ 1 of dilution, concentration, evaporation, distn, stripping, liquid-liquid extraction, and adsorption.

RE.CNT 4 THERE ARE 4 CITED REFERENCES AVAILABLE FOR THIS RECORD
ALL CITATIONS AVAILABLE IN THE RE FORMAT

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①⑪ N° de publication : **2 917 411**

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②① N° d'enregistrement national : **07 55696**

⑤① Int Cl⁸ : **C 07 D 303/08** (2006.01), C 07 D 301/26, 301/32

①② **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION** **A1**

②② Date de dépôt : 12.06.07.

③⑦ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 19.12.08 Bulletin 08/51.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑥⑦ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : SOLVAY — BE.

⑦② Inventeur(s) : KRAFFT PHILIPPE, GILBEAU
PATRICK et BALTHASART DOMINIQUE.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : SOLVAY.

⑤④ **EPICHLORHYDRINE, PROCEDE DE FABRICATION ET UTILISATION.**

⑤⑦ Produit contenant de l'épichlorhydrine et au moins un
hydrocarbure halogéné en une teneur de moins de 1 g d'hy-
drocarbure halogéné par kg de produit, à un procédé de fa-
brication du produit et à son utilisation dans diverses
applications

FR 2 917 411 - A1



Epichlorhydrine, procédé de fabrication et utilisation

La présente invention se rapporte à un produit à base d'épichlorhydrine, à un procédé pour sa fabrication et sa purification et à l'utilisation du produit dans diverses fabrications. L'invention se rapporte plus spécifiquement à un produit à base d'épichlorhydrine à faible teneur en hydrocarbures halogénés.

5 L'épichlorhydrine est un intermédiaire réactionnel dans la fabrication de résines époxy, d'élastomères synthétiques, d'éthers de glycidyle, de résines polyamides, etc. (Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Fifth Edition, Vol. A9, p.539). La présence d'hydrocarbures halogénés dans l'épichlorhydrine peut se révéler gênante dans certaines de ces applications, comme par exemple,
10 dans la fabrication de résines époxy destinées à l'industrie des composants électriques et des circuits imprimés.

Le but de la présente invention est de fournir un produit à base d'épichlorhydrine qui ne présente pas ces inconvénients.

L'invention se rapporte dès lors à un produit contenant de
15 l'épichlorhydrine et au moins un hydrocarbure halogéné en une teneur de moins de 1 g d'hydrocarbure halogéné par kg de produit.

La teneur en épichlorhydrine dans le produit est généralement supérieure à 900 g d'épichlorhydrine par kg de produit, de préférence d'au moins 950 g/kg, de façon plus préférée d'au moins 990 g/kg et de façon tout particulièrement
20 préférée d'au moins 999 g/kg.

La teneur en hydrocarbure halogéné est de préférence inférieure ou égale à 0,5 g/kg de produit, de façon plus préférée inférieure ou égale à 0,1 g/kg, de façon encore plus préférée inférieure ou égale à 0,05 g/kg, de façon toujours plus préférée inférieure ou égale à 0,01 g/kg, et de façon tout particulièrement
25 préférée inférieure ou égale à 0,001 g/kg. Cette teneur est généralement supérieure ou égale à 0,001 mg/kg.

Les hydrocarbures halogénés peuvent être des hydrocarbures halogénés aliphatiques ou aromatiques, contenant optionnellement de l'oxygène, de préférence des hydrocarbures halogénés aliphatiques, tels que le
30 trichloropropane, de préférence le 1,2,3-trichloropropane, le chloropropénol, de préférence le 2-chloro-2-propène-1-ol, le dichloropropène, de préférence le 1,3-dichloropropène cis, le 1,3-dichloropropène trans, et leurs mélanges, le

dichloropropane, de préférence le 1,3-dichloropropane, le dichloropropanol, de préférence le 1,3-dichloropropane-2-ol, le 2,3-dichloropropane-1-ol, et leurs mélanges, le monochloropropanediol, de préférence le 3-chloro 1,2-propanediol, le 2-chloro-1,3-propanediol, et leurs mélanges, et des chloroéthers, de préférence
5 sélectionnés parmi les chloroéthers de formule brute $C_6H_{10}Cl_2O_2$, $C_6H_{12}Cl_2O$, $C_6H_9Cl_3O_2$, $C_6H_{11}Cl_3O_2$, et les mélanges d'au moins deux d'entre eux. Les cétones halogénées et l'épichlorhydrine ne sont pas considérées comme des hydrocarbures halogénés.

Le produit selon l'invention contient usuellement du trichloropropane, de
10 préférence du 1,2,3-trichloropropane, en une teneur d'au plus 0,05 g/kg de produit, de préférence d'au plus 0,01 g/kg et de façon plus préférée d'au plus 0,005 g/kg. Cette teneur est d'au moins 0,001 g/kg.

Le produit selon l'invention contient usuellement du chloropropèneol, de
15 préférence du 2-chloro-2-propène-1-ol, en une teneur d'au plus 0,05 g/kg de produit, de préférence d'au plus 0,01 g/kg et de façon plus préférée d'au plus 0,005 g/kg. Cette teneur est d'au moins 0,001 g/kg.

Le produit selon l'invention contient usuellement du dichloropropène en
une teneur d'au plus 0,05 g/kg de produit, de préférence d'au plus 0,01 g/kg et de
façon plus préférée d'au plus 0,005 g/kg. Cette teneur est d'au moins 0,001 g/kg.

20 Le produit selon l'invention contient usuellement du dichloropropane en
une teneur d'au plus 0,05 g/kg de produit, de préférence d'au plus 0,01 g/kg et de
façon plus préférée d'au plus 0,005 g/kg. Cette teneur est d'au moins 0,001 g/kg.

Le produit selon l'invention contient usuellement du dichloropropanol en
une teneur de moins de 1 g/kg de produit, de préférence d'au plus 0,5 g/kg, de
25 façon plus préférée d'au plus 0,1 g/kg et de façon tout particulièrement préférée
d'au plus, 0,05 g/kg. Cette teneur est d'au moins 0,001 g/kg.

Le produit selon l'invention contient usuellement du
monochloropropanediol en une teneur de moins de 0,5 g/kg de produit, de
préférence d'au plus 0,1 g/kg, de façon plus préférée d'au plus 0,05 g/kg et de
30 façon tout particulièrement préférée d'au plus, 0,01 g/kg. Cette teneur est d'au
moins 0,001 g/kg.

Le produit selon l'invention contient usuellement des chloroéthers en une
teneur de moins de 0,5 g/kg de produit, de préférence d'au plus 0,1 g/kg, de
façon plus préférée d'au plus 0,05 g/kg et de façon tout particulièrement préférée
35 d'au plus, 0,01 g/kg. Cette teneur est d'au moins 0,001 g/kg.

Le produit selon l'invention peut aussi contenir des composés qui ne sont pas des hydrocarbures halogénés tels que définis ci-avant, comme par exemple, l'acroléine, le méthyl glycidyl éther, la chloroacétone, le glycérol, l'hydroxyacétone et le glycidol.

5 Le produit selon l'invention contient usuellement de l'acroléine en une teneur de moins de 0,07 g/kg de produit, de préférence d'au plus 0,01 g/kg et de façon plus préférée d'au plus 0,005 g/kg. Cette teneur est d'au moins 0,001 g/kg.

Le produit selon l'invention contient usuellement du méthyl glycidyl éther en une teneur d'au plus 0,5 g/kg de produit, de préférence d'au plus 0,1 g/kg et de façon plus préférée d'au plus 0,05 g/kg. Cette teneur est d'au moins 0,001 g/kg.

10 Le produit selon l'invention contient usuellement de la chloroacétone en une teneur de moins de 0,05 g/kg de produit, de préférence d'au plus 0,03 g/kg et de façon plus préférée d'au plus 0,01 g/kg. Cette teneur est d'au moins 0,001 g/kg.

15 Le produit selon l'invention contient usuellement du glycérol, de l'hydroxyacétone et du glycidol, dont la somme des teneurs est de moins de 0,1 g/kg de produit, de préférence d'au plus 0,01 g/kg et de façon plus préférée d'au plus 0,005 g/kg. Cette teneur est d'au moins 0,001 g/kg.

20 L'invention se rapporte également à un procédé de fabrication d'un produit contenant de l'épichlorhydrine et au moins un hydrocarbure halogéné, comprenant les étapes suivantes :

a) on fait réagir dans un milieu réactionnel liquide, un mélange de dichloropropanol contenant du 1,3-dichloro-2-propanol et du 2,3-dichloro-1-propanol dans laquelle la teneur en 1,3-dichloro-2-propanol est d'au moins 10 % en poids, avec au moins un composé basique pour former l'épichlorhydrine et un sel, et

25 b) on soumet au moins une partie du milieu réactionnel liquide de l'étape a), à une opération de décantation dans laquelle on sépare au moins une première fraction contenant la majorité de l'épichlorhydrine qui était contenue dans la partie du milieu réactionnel de l'étape a) avant l'opération de décantation et une deuxième fraction contenant la majorité du sel qui était contenu dans la partie du milieu réactionnel de l'étape a) avant l'opération de décantation, et

30 c) on soumet la première fraction séparée à l'étape b) à au moins un traitement supplémentaire choisi parmi les opérations de dilution, de concentration,

35

d'évaporation, de distillation, de stripping, d'extraction liquide-liquide, et d'adsorption, seules ou en combinaison.

Dans la suite de l'exposé, on utilisera l'expression « dichloropropanol » pour désigner le mélange de dichloropropanol.

5 Par les expressions « la majorité de », on entend désigner « la moitié et plus de la moitié de ».

Les hydrocarbures halogénés peuvent notamment être produits au cours des différentes étapes du procédé de fabrication du dichloropropanol. Le dichloropropanol de l'étape a) du procédé selon l'invention peut être produit, par
10 exemple, par chloration de glycérol et/ou par hypochloration du chlorure d'allyle, le chlorure d'allyle étant lui-même produit par chloration du propylène. Le méthyl glycidyl éther peut provenir des éthers méthylés de glycérol qui sont des impuretés d'un glycérol obtenu par trans-estérification de graisses ou d'huiles d'origine animale ou végétale, comme décrit dans les demandes de
15 brevet FR 06/05325 et FR 07/53863 déposées au nom de SOLVAY SA. Les cétones halogénées, comme par exemple la chloroacétone peuvent être générées dans le procédé de fabrication du dichloropropanol par chloration du glycérol et/ou au cours de l'étape a) du procédé selon l'invention.

Les étapes a) et b) du procédé utilisé pour fabriquer le produit selon
20 l'invention peuvent être réalisées dans des conditions telles que celles décrites dans les demandes FR 07/53375 et FR 07/55448 déposées au nom de SOLVAY SA. Le milieu réactionnel liquide de l'étape a) peut notamment contenir un solvant organique tel que le trichloropropane par exemple.

Les étapes a) à c) du procédé pour obtenir le produit selon l'invention
25 peuvent indépendamment être réalisées en mode continu ou discontinu. On préfère réaliser les étapes a) à c) en mode continu.

Dans le procédé selon l'invention, la réaction de l'étape a) peut être réalisée dans une ou plusieurs zones réactionnelles, de préférence dans au moins deux zones réactionnelles, de manière plus préférée dans au moins trois zones
30 réactionnelles et de façon plus particulièrement préférée au moins quatre zones réactionnelles. Les zones réactionnelles peuvent être constituées de volumes rassemblés en une seule enveloppe ou de volumes dans des enveloppes séparées. Dans le cas où les volumes sont rassemblés dans une seule enveloppe, les zones réactionnelles peuvent être positionnées horizontalement ou verticalement les
35 unes vis-à-vis des autres. Dans le cas où les zones sont positionnées horizontalement les unes vis-à-vis des autres, le passage d'une zone à l'autre

peut être réalisé par gravité ou par circulation forcée . Dans le cas de circulation par gravité, le passage peut s'effectuer avec ou sans décantation en une ou en plusieurs voies. Le passage en une seule voie sans décantation est préféré. Dans le cas où les zones sont assemblées verticalement, le passage d'une zone à l'autre peut être par gravité ou par circulation forcée. Le passage par gravité est préféré. La réalisation de l'étape a) dans une colonne mécaniquement agitée et découpée par des plaques de partition perforées est particulièrement préférée. L'agitation peut être réalisée par tout moyen connu par exemple par rotation d'un mobile dans le milieu liquide ou par pulsation de l'écoulement. Les colonnes agitées par rotation d'un mobile sont particulièrement préférées. Ces zones réactionnelles peuvent être placées dans n'importe quelle configuration, en série, en parallèle ou certaines en série et d'autres en parallèle.

Dans le procédé selon l'invention, les zones réactionnelles peuvent être alimentées indépendamment les unes des autres avec du dichloropropanol, avec le composé basique, avec de l'eau ou avec au moins deux de ces composés. Lorsque plusieurs zones réactionnelles sont en série, on préfère alimenter la majeure partie du composé basique dans la première zone réactionnelle de la série.

Par zones réactionnelles, on entend désigner des zones où l'on retrouve tous les composés nécessaires à la réaction de l'étape a), à savoir le dichloropropanol, le composé basique et un éventuel solvant de réaction.

Dans le procédé de fabrication du produit à base d'épichlorhydrine selon l'invention, le dichloropropanol peut être du dichloropropanol extrinsèque au procédé selon l'invention, du dichloropropanol recyclé ou un mélange des deux, tel que cela a été défini avant dans les demandes FR 07/53375 et FR 07/55448 déposées au nom de SOLVAY SA. Par dichloropropanol recyclé, on entend désigner du dichloropropanol qui a été séparé dans une étape ultérieure à l'étape b) dans le procédé selon l'invention et qui a ensuite été recyclé à l'étape a) dudit procédé. Par dichloropropanol extrinsèque, on entend désigner du dichloropropanol qui n'a pas été recyclé dans le procédé selon l'invention.

La température, la pression, la durée de réaction et le temps de séjour peuvent avoir des valeurs différentes dans les différentes zones de réaction et telles que définies dans les demandes FR 07/53375 et FR 07/55448 déposées au nom de SOLVAY SA.

Le rapport de la teneur en 2,3-dichloro-1-propanol et de la teneur en 1,3-dichloro-2-propanol dans le dichloropropanol peut être différent selon la zone

réactionnelle dans laquelle le dichloropropanol est alimenté. Ce rapport peut être tel que décrit dans les demandes FR 07/53375 et FR 07/55448 déposées au nom de SOLVAY SA.

5 Le rapport molaire entre le dichloropropanol et le composé basique peut être différent selon la zone réactionnelle dans laquelle ces composés sont alimentés. Ce rapport peut être tel que décrit dans les demandes FR 07/53375 et FR 07/55448 déposées au nom de SOLVAY SA.

10 Le composé basique peut être un composé basique organique ou inorganique. Les composés basiques organiques sont par exemple des amines, des phosphines, des hydroxydes d'ammonium, de phosphonium ou d'arsonium. Les composés basiques inorganiques sont préférés. On entend désigner par composés inorganiques des composés qui ne contiennent pas de liaison carbone-hydrogène. Le composé basique inorganique peut être sélectionné parmi les oxydes, les hydroxydes, les carbonates, les hydrogénocarbonates, les phosphates, 15 les hydrogénophosphates et les borates alcalins ou alcalino-terreux, et leurs mélanges. Les oxydes et les hydroxydes alcalins et alcalino-terreux sont préférés. Des composés basiques différents peuvent être utilisés dans les différentes zones réactionnelles où l'on réalise la réaction de l'étape a).

20 Généralement la température, la durée de réaction ou le temps de séjour et le rapport molaire entre le dichloropropanol et le composé basique, sont plus élevés dans les zones réactionnelles où le rapport 2,3-dichloro-1-propanol/1,3-dichloro-2-propanol est plus élevé.

L'étape a) peut être suivie d'une opération de neutralisation de l'excès de composé basique.

25 Il est possible de combiner l'étape a) ou une partie de l'étape a) avec l'étape b) dans un appareil commun cloisonné en diverses zones réactionnelles et de décantation.

30 La première fraction séparée à l'étape b) peut présenter une composition telle que celle décrite pour la première fraction séparée à l'étape b) du procédé de fabrication d'épichlorhydrine qui fait l'objet de les demandes de brevet FR 07/53375 et 075/5448 au nom de SOLVAY SA.

35 La première fraction séparée à l'étape b) peut contenir, outre de l'épichlorhydrine, d'autres composés organiques, comme par exemple, les hydrocarbures halogénés, la chloroacétone et le méthylglycidyl éther, le glycérol, l'hydroxyacétone, le glycidol, l'acétaldéhyde, l'acroléine, l'acétone, l'oxyde

d'éthylène, l'oxyde de propylène et la 2-butanone. Ces composés peuvent provenir du procédé de fabrication du dichloropropanol et/ou être formés lors de la réaction entre le dichloropropanol et le composé basique lors de l'étape a) du procédé selon l'invention.

5 La première fraction séparée à l'étape b) contient généralement au moins 100 g d'épichlorhydrine/kg de première fraction, de préférence au moins au moins 200 g/kg, de manière encore plus préférée au moins 300 g/kg, de manière toujours plus préférée au moins 400 g/kg, de manière plus particulièrement préférée au moins 500 g/kg, de manière encore plus particulièrement préférée au moins 600 g/kg, de manière toujours plus particulièrement préférée au moins 700 g/kg, de manière tout particulièrement préférée au moins 800 g/kg et de manière encore tout particulièrement préférée au moins 850 g/kg. La teneur en épichlorhydrine de la première fraction décantée est généralement d'au plus 900 g/kg. La teneur en épichlorhydrine de la première fraction séparée dépend
10
15 par exemple de l'utilisation d'un solvant organique et/ou d'une conversion incomplète du mélange de 1,3-dichloro-2-propanol et de 2,3-dichloro-1-propanol.

 La première fraction séparée à l'étape b) contient généralement au plus 2 g de chloroacétone/kg de première fraction et de préférence au plus 0,3 g/kg, de
20 manière plus préférée au plus 0,1 g/kg, et de manière tout particulièrement préférée au plus 0,05 g/kg. La teneur en chloroacétone est généralement d'au moins 0,005 g/kg.

 La première fraction séparée à l'étape b) contient généralement au plus 5 g d'acroléine/kg de première fraction et de préférence au plus 0,3 g/kg et de
25 manière plus préférée au plus 0,1 g/kg. La teneur en acroléine est généralement d'au moins 0,07 g/kg.

 La première fraction séparée à l'étape b) contient généralement au plus 20 g de chloroéthers/kg de première fraction, de préférence au plus 5 g/kg, de manière plus préférée au plus 2 g/kg, et de manière tout particulièrement préférée
30 au plus 1 g/kg. La teneur en chloroéthers est généralement d'au moins 0,5 g/kg.

 Les chloroéthers sont des composés dont la molécule comprend au moins un atome de chlore et au moins un atome d'oxygène, cet atome d'oxygène étant lié à deux atomes de carbone. L'épichlorhydrine n'est ici pas considérée comme un éther chloré. Ces chloroéthers contiennent de préférence six atomes de
35 carbone. Ces chloroéthers contiennent de préférence deux atomes de chlore, parfois trois. Ces chloroéthers contiennent de préférence deux atomes

d'oxygène. Ces chloroéthers sont de préférence choisis parmi les composés de formule chimique brute $C_6H_{10}Cl_2O_2$, $C_6H_{12}Cl_2O$, $C_6H_9Cl_3O_2$, $C_6H_{11}Cl_3O_2$ et les mélanges d'au moins deux d'entre eux.

La première fraction séparée à l'étape b) contient généralement au plus
5 10 g de chloroéther de formule brute $C_6H_{10}Cl_2O_2$ /kg de première fraction, de préférence au plus 5 g/kg, de manière plus préférée au plus 0,5 g/kg, et de manière tout particulièrement préférée au plus 0,1 g/kg. La teneur en ce chloroéther est généralement d'au moins 0,05 g/kg.

La première fraction séparée à l'étape b) contient généralement au plus 5 g
10 de chloroéther de formule brute $C_6H_{12}Cl_2O$ /kg de première fraction, de préférence au plus 2 g/kg, de manière plus préférée au plus 0,5 g/kg, et de manière tout particulièrement préférée au plus 0,1 g/kg. La teneur en ce chloroéther est généralement d'au moins 0,05 g/kg.

La première fraction séparée à l'étape b) contient généralement au plus 5 g
15 de chloroéther de formule brute $C_6H_9Cl_3O_2$ /kg de première fraction, de préférence au plus 2 g/kg, de manière plus préférée au plus 0,5 g/kg, et de manière tout particulièrement préférée au plus 0,1 g/kg. La teneur en ce chloroéther est généralement d'au moins 0,02 g/kg.

La première fraction séparée à l'étape b) contient généralement au plus 5 g
20 de chloroéther de formule brute $C_6H_{11}Cl_3O_2$ /kg de première fraction, de préférence au plus 2 g/kg, de manière encore plus préférée au plus 1 g/kg, et de manière tout particulièrement préférée au plus 0,6 g/kg. La teneur en ce chloroéther est généralement d'au moins 0,5 g/kg.

La première fraction séparée à l'étape b) contient généralement d'autres
25 composés organiques, comme par exemple, du 1,3-dichloro-2-propanol, du 2, 3-dichloro-1-propanol et leurs mélanges. La somme des teneurs en ces dichloropropanols est en général inférieure ou égale à 900 g/kg de première fraction, de préférence inférieure ou égale à 800 g/kg, de manière plus préférée inférieure ou égale à 700 g/kg, de manière encore plus préférée inférieure ou
30 égale à 500 g/kg, de manière toujours plus préférée inférieure ou égale à 300 g/kg et de manière particulièrement préférée inférieure ou égale à 200 g/kg. La somme des teneurs en ces dichloropropanols est généralement d'au moins 90 g/kg.

La première fraction séparée à l'étape b) contient généralement d'autres
35 composés organiques en plus de l'épichlorhydrine, de la chloroacétone, de l'acroléine, des chloroéthers et des dichloropropanols.

Ces derniers peuvent provenir du procédé de fabrication et du dichloropropanol et/ou être formés lors de la réaction entre le dichloropropanol et le composé basique lors de l'étape a) du procédé selon l'invention. Des exemples de ces composés sont le glycérol, le 3-chloro-1,2-propanediol, le 2-chloro-1,3-propanediol, et leurs mélanges, l'hydroxyacétone, le glycidol, le méthylglycidyl éther, le 1,2,3-trichloropropane, les 1,3-dichloropropènes cis et trans, le 1, 3-dichloropropane et le 2-chloro-2-propène-1-ol.

La somme des teneurs en glycérol, hydroxyacétone et glycidol est généralement d'au plus 100 g/kg de première fraction, fréquemment d'au plus 50 g/kg, souvent d'au plus 30 g/kg, en particulier d'au plus 10 g/kg et plus spécifiquement d'au plus 1 g/kg. La somme de ces teneurs est généralement d'au moins 0,1 g/kg.

La somme des teneurs en 3-chloro-1,2-propanediol et 2-chloro-1,3-propanediol est généralement d'au plus 5 g/kg de première fraction, de préférence d'au plus 3 g/kg, et de manière plus préférée d'au plus 1 g/kg. Cette somme est généralement d'au moins 0,5 g/kg.

La teneur en méthylglycidyl éther est généralement d'au plus 5 g/kg de première fraction, de préférence d'au plus 3 g/kg, et de manière plus préférée d'au plus 1 g/kg. Cette teneur est généralement d'au moins 0,005 g/kg.

La teneur en 1,2,3-trichloropropane est généralement d'au plus 10 g/kg de première fraction, de préférence d'au plus 5 g/kg, de manière plus préférée d'au plus 3 g/kg et de manière tout particulièrement préférée d'au plus 1 g/kg. Cette teneur est généralement d'au moins 0,01 g/kg.

La somme des teneurs en 1,3-dichloropropènes cis et trans est généralement d'au plus 2 g/kg de première fraction, de préférence d'au plus 1 g/kg, et de manière plus préférée d'au plus 0,1 g/kg. Cette somme est généralement d'au moins 0,01 g/kg.

La teneur en 1, 3-dichloropropane est généralement d'au plus 2 g/kg de première fraction, de préférence d'au plus 1 g/kg, et de manière plus préférée d'au plus 0,5 g/kg. Cette teneur est généralement d'au moins 0,01 g/kg.

La teneur en 2-chloro-2-propène-1-ol est généralement d'au plus 2 g/kg de première fraction, de préférence d'au plus 1 g/kg, et de manière plus préférée d'au plus 0,5 g/kg. Cette teneur est généralement d'au moins 0,01 g/kg.

La première fraction séparée à l'étape b) contient généralement de l'eau et des composés inorganiques tels que le composé basique et le sel.

La teneur en eau est généralement d'au plus 90 g/kg de première fraction, fréquemment d'au plus 80 g/kg, souvent d'au plus 50 g/kg, plus spécifiquement d'au plus 30 g/kg et encore plus spécifiquement d'au plus 15 g/kg. La teneur en eau est généralement d'au moins 1 g/kg de première fraction.

5 La teneur en sel est généralement d'au plus 10 g/kg de première fraction, fréquemment d'au plus 5 g/kg, souvent d'au plus 2 g/kg plus spécifiquement d'au plus 0,1 g/kg et encore plus spécifiquement d'au plus 0,015 g/kg. Cette teneur en sel est généralement d'au moins 0,01 g/kg.

10 La proportion de sel présent dans la partie du milieu réactionnel liquide de l'étape a) avant l'étape de décantation b) qui se retrouve dans la première fraction décantée à l'étape b) est généralement d'au plus 25 %, de préférence d'au plus 10 % et de manière plus préférée d'au plus 5 %.

15 Les sels sont de préférence choisis parmi les chlorures, les sulfates, les hydrogénosulfates, les hydroxydes, les carbonates, les hydrogénocarbonates, les phosphates, les hydrogénophosphates et les borates alcalins ou alcalino-terreux, et leurs mélanges. Les chlorures alcalins et alcalino-terreux sont préférés. Le chlorure de calcium et le chlorure de sodium sont plus préférés. Le chlorure de sodium est le sel le plus préféré.

20 La première fraction séparée à l'étape b) peut aussi contenir un composé acide. Le composé acide peut être sélectionné parmi les acides organiques et inorganiques, monobasiques et polybasiques, et leurs mélanges. Les acides polybasiques peuvent se trouver sous des formes diversement protonées. Les acides inorganiques sont préférés. Par acide inorganique, on entend désigner des acides dont la molécule ne contient pas de liaison carbone-hydrogène tels que le
25 chlorure d'hydrogène, l'acide carbonique, et ses sels acides, l'acide sulfurique, et ses sels acides, l'acide phosphorique et ses sels acides et l'acide borique, et ses sels acides. Le chlorure d'hydrogène est préféré. Cet acide peut être ajouté à la partie du milieu réactionnel de l'étape a) comme décrit dans la demande FR 0753375 déposée au nom de SOLVAY SA.

30 La deuxième fraction séparée à l'étape b) peut présenter une composition telle que celle décrite pour la deuxième fraction séparée à l'étape b) du procédé de fabrication d'épichlorhydrine qui fait l'objet des demandes de brevet FR 07/53375 et 075/5448 au nom de SOLVAY SA.

35 Parmi les traitements supplémentaires de l'étape c), les opérations d'extraction liquide-liquide, d'adsorption et de distillation, seules ou en

combinaison sont préférées et les opérations d'extraction liquide-liquide, de distillation, seules ou en combinaison sont particulièrement préférées.

Dans un premier mode de réalisation de l'étape c) du procédé pour fabriquer le produit selon l'invention, le traitement de l'étape c) comprend au moins une opération d'extraction liquide-liquide de la première fraction décantée à l'étape b).

L'opération d'extraction peut se faire à co-courant ou à contre-courant.

L'opération à co-courant est généralement réalisée dans au moins un réacteur agité suivi d'un décanteur. L'opération à contre-courant est généralement réalisée dans au moins une colonne d'extraction. Différents types de réacteurs, de décanteurs et de colonnes d'extraction peuvent être utilisés tels que ceux décrits dans « Perry's Chemical Engineers' Handbook, sixth Edition, section 21, pp 21, 55 et suivantes ».

Le solvant d'extraction peut être une composition organique ou une composition aqueuse.

Le solvant d'extraction est de préférence une composition aqueuse. Outre de l'eau, la composition aqueuse peut contenir d'autres composés tels que des sels et/ou des composés basiques et/ou des composés acides tels que définis ci-dessus et/ou du dichloropropanol. La composition aqueuse est de préférence constituée essentiellement d'eau.

A la suite de l'extraction, on sépare une première part contenant la majorité de l'épichlorhydrine qui était contenue dans la première fraction avant l'opération d'extraction et une deuxième part contenant majoritairement le solvant d'extraction.

La proportion d'épichlorhydrine présente dans la première fraction décantée à l'issue de l'étape b) de décantation du procédé selon l'invention avant l'opération d'extraction liquide-liquide de l'étape c) et qui se retrouve dans la première part séparée à l'étape c) est de préférence d'au moins 80 %, de manière plus préférée d'au moins 90 % et de manière encore plus préférée d'au moins 95 %. Ces proportions sont plus particulièrement obtenues lorsque le solvant d'extraction est une composition aqueuse.

La teneur en épichlorhydrine de la première part séparée à l'étape c) est généralement supérieure à 900 g d'épichlorhydrine par kg de première part, de préférence supérieure ou égale à 950 g/kg, de façon plus préférée supérieure ou égale à 990 g/kg et de façon tout particulièrement préférée supérieure ou égale à

999 g/kg. Ces teneurs sont plus particulièrement obtenues lorsque le solvant d'extraction est une composition aqueuse.

La teneur en eau de la première part est généralement inférieure ou égale à 150 g d'eau par kg de première part, de préférence inférieure ou égale à 100 g/kg, de façon plus préférée inférieure ou égale à 10 et de façon tout particulièrement préférée inférieure à 1 g/kg.

Ces teneurs sont plus particulièrement obtenues lorsque le solvant d'extraction est une composition aqueuse.

La teneur en solvant organique d'extraction de la première part séparée à l'étape c) est généralement inférieure ou égale à 100 g par kg de première part, de préférence inférieure ou égale à 50 g/kg et de façon tout particulièrement préférée inférieure ou égale à 1 g/kg.

La première part obtenue à l'issue du traitement d'extraction liquide-liquide de l'étape c) peut constituer le produit selon l'invention, en particulier lorsque le solvant d'extraction est de l'eau. Cette première part constitue de préférence le produit selon l'invention.

La première part séparée à l'étape c) peut être soumise à des traitements ultérieurs comme par exemple des opérations de distillation, d'évaporation ou de stripping.

La deuxième part séparée à l'étape c) contient généralement du composé basique utilisé à l'étape a) du procédé, et/ou du composé acide ajouté avant l'étape b) de décantation et/ou du sel utilisé et/ou formé à l'étape a) du procédé, en particulier lorsque le solvant d'extraction est une composition aqueuse.

La proportion de composé basique présent dans la première fraction décantée à l'issue de l'étape b) de décantation du procédé selon l'invention avant l'opération d'extraction liquide-liquide de l'étape c) et qui se retrouve dans la deuxième part séparée à l'étape c) est généralement d'au moins 80 %, de préférence d'au moins 90 % et de manière plus préférée d'au moins 95 %.

La proportion de sel présent dans la première fraction décantée à l'issue de l'étape b) de décantation du procédé selon l'invention avant l'opération d'extraction liquide-liquide de l'étape c) et qui se retrouve dans la deuxième part séparée à l'étape c) est généralement d'au moins 80 %, de préférence d'au moins 90 % et de manière plus préférée d'au moins 95 %.

Ces proportions sont plus particulièrement obtenues lorsque le solvant d'extraction est une composition aqueuse.

La deuxième part séparée à l'étape c) peut être partiellement ou totalement recyclée à l'étape a), et/ou après l'étape a) et avant l'étape b) du procédé.

La deuxième part séparée à l'étape c) peut être soumise à une opération de stripping, d'évaporation ou de stripping permettant de récupérer

5 l'épichlorhydrine dissoute dans cette part.

Dans un deuxième mode de réalisation de l'étape c) du procédé pour fabriquer le produit selon l'invention, on soumet, à l'étape c), la première fraction séparée à l'étape b) à un traitement qui comprend au moins une opération de distillation, de préférence au moins deux opérations de distillation, et de façon plus préférée au moins deux opérations de distillation dont une au moins est une opération de séchage azéotropique par distillation. Ce traitement comprend de préférence au moins deux opérations de distillation et de façon plus préférée au moins quatre opérations de distillation et de façon tout particulièrement préférée au moins six opérations de distillation en plus de l'opération de séchage par distillation azéotropique.

Par opération de distillation, on entend la séparation d'un mélange en deux fractions de compositions différentes par un enchaînement d'opérations d'évaporation et de condensation interconnectées à contre courant et réalisées dans un appareil spécifique ou dans une partie d'un appareil spécifique. Dans le cas où l'on réalise dans une enveloppe physique unique, la séparation d'un mélange en N fractions de compositions différentes, on considère que cela correspond à N-1 distillations.

L'opération de séchage par distillation azéotropique, de préférence hétéroazéotropique, avec prélèvement d'une phase aqueuse et d'une phase organique, de préférence avec prélèvement d'une phase aqueuse, peut être réalisée avant les autres opérations de distillation. L'opération de séchage par distillation azéotropique peut être réalisée après une ou plusieurs des autres opérations de distillation.

Dans ce deuxième mode de réalisation, à la suite du traitement de l'étape c), on obtient deux portions.

Dans ce deuxième mode de réalisation, la proportion d'épichlorhydrine présente dans la première fraction décantée à l'issue de l'étape b) de décantation du procédé selon l'invention avant le traitement de l'étape c) et qui se retrouve dans la première portion séparée à l'étape c) est généralement d'au moins 80 %, de préférence d'au moins 90 % et de manière plus préférée d'au moins 95 %.

Dans ce deuxième mode de réalisation, la proportion de dichloropropanol présent dans la première fraction décantée à l'issue de l'étape b) de décantation du procédé selon l'invention avant le traitement de l'étape c) et qui se retrouve dans la deuxième portion séparée à l'étape c) est généralement d'au moins 80 %, de préférence d'au moins 90 % et de manière plus préférée d'au moins 95 %.

Dans ce deuxième mode de réalisation, la première portion obtenue à l'issue des opérations de distillation du traitement de l'étape c) peut constituer le produit selon l'invention. Cette première portion constitue de préférence le produit selon l'invention.

Dans ce deuxième mode de réalisation, la deuxième portion peut être partiellement ou totalement recyclée à l'étape a) du procédé pour obtenir le produit selon l'invention.

Dans un troisième mode de réalisation de l'étape c) du procédé pour fabriquer le produit selon l'invention, on soumet, à l'étape c), la première fraction décantée à l'étape b) à un traitement qui comprend au moins une opération d'adsorption et au moins une opération de distillation, et de préférence au moins trois opérations de distillation et de façon plus préférée, au moins cinq opérations de distillation.

Par opération de distillation, on entend la séparation d'un mélange en deux fractions de compositions différentes par un enchaînement d'opérations d'évaporation et de condensation interconnectées à contre courant et réalisées dans un appareil spécifique ou dans une partie d'un appareil spécifique. Dans le cas où l'on réalise dans une enveloppe physique unique, la séparation d'un mélange en N fractions de compositions différentes, on considère que cela correspond à N-1 distillations.

Dans ce troisième mode de réalisation, l'opération d'adsorption peut être réalisée avant les opérations de distillation. L'opération d'adsorption peut être réalisée après une ou plusieurs opérations de distillation. L'opération d'adsorption a généralement pour but de réduire la teneur en eau des fractions traitées. Les adsorbants généralement utilisés sont des adsorbants tels que les tamis moléculaires 3A, 4A et 5A.

Dans ce troisième mode de réalisation, à la suite du traitement de l'étape c), on obtient deux tranches.

Dans ce troisième mode de réalisation, la proportion d'épichlorhydrine présente dans la première fraction décantée à l'issue de l'étape b) de décantation du procédé selon l'invention avant le traitement de l'étape c) et qui se retrouve

dans la première tranche séparée à l'étape c) est généralement d'au moins 80 %, de préférence d'au moins 90 % et de manière plus préférée d'au moins 95 %.

Dans ce troisième mode de réalisation, la proportion de dichloropropanol présente dans la première fraction décantée à l'issue de l'étape b) de décantation du procédé selon l'invention avant le traitement de l'étape c) et qui se retrouve dans la deuxième tranche séparée à l'étape c) est généralement d'au moins 80 %, de préférence d'au moins 90 % et de manière plus préférée d'au moins 95 %.

Dans ce troisième mode de réalisation, à l'issue des traitements décrits dans les deuxième et troisième modes de réalisation, on sépare une épichlorhydrine dont la teneur en eau est généralement inférieure à 0,5 g d'eau par kg d'épichlorhydrine, de préférence inférieure ou égale à 0,1 g/kg et de façon plus préférée inférieure ou égale à 0,05 g/kg. La teneur de cette épichlorhydrine en composés organiques de température d'ébullition sous pression de 1 bar absolu inférieure ou égale à la température d'ébullition de l'épichlorhydrine, est généralement inférieure ou égale à 0,3 g de ces composés par kg d'épichlorhydrine, de préférence inférieure ou égale à 0,2 g/kg et de façon plus préférée inférieure ou égale à 0,1 g/kg. Ces composés sont par exemple l'acroléine, le méthyl glycidyl éther et la chlororacétone. La teneur de cette épichlorhydrine en composés organiques de température d'ébullition sous pression de 1 bar absolu supérieure ou égale à la température d'ébullition de l'épichlorhydrine, est généralement inférieure ou égale à 0,7 g de ces composés par kg d'épichlorhydrine, de préférence inférieure ou égale à 0,5 g/kg et de façon plus préférée inférieure ou égale à 0,3 g/kg. Ces composés sont par exemple, le 2-chloro-2-propèn-1-ol, le dichloropropène, le dichloropropane, l'hydroxyacétone, le trichloropropane, le glycidol, le dichloropropanol, le monochloropropanediol, le glycérol et les chloroéthers tels que mentionnés ci-dessus.

Dans ce troisième mode de réalisation, la première tranche obtenue à l'issue du traitement de l'étape c) peut constituer le produit selon l'invention. Cette première portion constitue de préférence le produit selon l'invention.

Dans un quatrième mode de réalisation de l'étape c) du procédé pour fabriquer le produit selon l'invention qui est préféré, on combine les premier et deuxième modes de réalisation et dans une variante préférée, on soumet d'abord la première fraction décantée à l'étape b) à au moins une extraction liquide-liquide par une composition aqueuse et dans laquelle on sépare une première part contenant la majorité de l'épichlorhydrine qui était contenue dans la première

fraction avant l'opération d'extraction et on soumet cette première part à au moins un traitement qui comprend au moins une opération de séchage azéotropique par distillation et au moins une opération de distillation.

Dans ce quatrième mode de réalisation, à la suite du traitement de l'étape c), on obtient deux coupes.

Dans ce quatrième mode de réalisation, la proportion d'épichlorhydrine présente dans la première fraction décantée à l'issue de l'étape b) de décantation du procédé selon l'invention avant le traitement de l'étape c) et qui se retrouve dans la première coupe séparée à l'étape c) est généralement d'au moins 80 %, de préférence d'au moins 90 % et de manière plus préférée d'au moins 95 %.

Dans ce quatrième mode de réalisation, la proportion de dichloropropanol présente dans la première fraction décantée à l'issue de l'étape b) de décantation du procédé selon l'invention avant le traitement de l'étape c) et qui se retrouve dans la deuxième coupe séparée à l'étape c) est généralement d'au moins 80 %, de préférence d'au moins 90 % et de manière plus préférée d'au moins 95 %.

Dans ce quatrième mode de réalisation, à l'issue du traitement de l'étape c), on sépare une épichlorhydrine dont la teneur en eau est généralement inférieure à 0,5 g d'eau par kg d'épichlorhydrine, de préférence inférieure ou égale à 0,1 g/kg et de façon plus préférée inférieure ou égale à 0,05 g/kg. La teneur de cette épichlorhydrine en composés organiques de température d'ébullition sous pression de 1 bar absolu inférieure ou égale à la température d'ébullition de l'épichlorhydrine, est généralement inférieure ou égale à 0,3 g de ces composés par kg d'épichlorhydrine, de préférence inférieure ou égale à 0,2 g/kg et de façon plus préférée inférieure ou égale à 0,1 g/kg. La teneur de cette épichlorhydrine en composés organiques de température d'ébullition sous pression de 1 bar absolu supérieure ou égale à la température d'ébullition de l'épichlorhydrine, est généralement inférieure ou égale à 0,7 g de ces composés par kg d'épichlorhydrine, de préférence inférieure ou égale à 0,5 g/kg et de façon plus préférée inférieure ou égale à 0,3 g/kg.

Dans ce quatrième mode de réalisation, la première coupe obtenue à l'issue du traitement de l'étape c) peut constituer le produit selon l'invention. Cette première coupe constitue de préférence le produit selon l'invention.

La Figure 1 montre un premier schéma d'installation utilisé pour obtenir le produit selon l'invention.

Dans une première variante de ce premier schéma, on alimente un premier réacteur (1) avec un premier flux de dichloropropanol via la ligne (2) et un

premier flux du composé basique via la ligne (3). On soutire du réacteur (1) via la ligne (4) un flux comprenant de l'épichlorhydrine, du sel, du dichloropropanol et du composé basique qui n'ont pas réagi et on alimente un deuxième réacteur (5) avec ce flux. On alimente le réacteur (5) avec un deuxième flux de dichloropropanol via la ligne (6) et avec un deuxième flux du composé basique via la ligne (7). On soutire du deuxième réacteur (5) via la ligne (8) un flux comprenant de l'épichlorhydrine et du sel, et on alimente un premier décanteur (9) avec ce flux. Dans le premier décanteur (9), on sépare une première fraction contenant la majorité de l'épichlorhydrine contenue dans le flux (8) et une deuxième fraction contenant la majorité du sel qui était contenu dans le flux (8). On soutire la deuxième fraction du décanteur (9) via la ligne (10) et la première fraction via la ligne (11). Une première partie de la première fraction soutirée de la ligne (11) alimente un premier extracteur (13) via la ligne (12). Le premier extracteur (13) est également alimenté en eau via la ligne (14). On réalise une forte agitation dans le premier extracteur (13). On soutire de l'extracteur (13) un flux via la ligne (15) et on alimente un deuxième décanteur (16) avec ce flux. On soutire du deuxième décanteur (16) via la ligne (17) une troisième fraction contenant la majorité de l'épichlorhydrine contenue dans le flux (15) et une quatrième fraction contenant de l'eau et les sels via la ligne (18).

Dans divers aspects de cette première variante de ce premier schéma, une portion de la quatrième fraction contenant de l'eau et les sels, soutirée via la ligne (18) est respectivement recyclée au premier réacteur (1) via la ligne (19) et/ou entre le premier réacteur (1) et le deuxième réacteur (5) via la ligne (20) et/ou entre le deuxième réacteur (5) et le premier décanteur (9) via la ligne (21).

Dans une deuxième variante de ce premier schéma, on procède comme dans la première variante sauf que la première fraction soutirée du premier décanteur (9) via la ligne (11) n'alimente plus l'extracteur (13) mais alimente une colonne d'extraction (23) via la ligne (22). La colonne d'extraction (23) est alimentée à contre-courant avec de l'eau via la ligne (24). On soutire de la colonne (23) une cinquième fraction contenant la majorité de l'épichlorhydrine contenue dans le flux (22) via la ligne (25) et une sixième fraction contenant de l'eau et les sels via la ligne (26).

Dans divers aspects de cette deuxième variante de ce premier schéma, une portion de la deuxième fraction contenant de l'eau et les sels, soutirée via la ligne (26) est respectivement recyclée au premier réacteur (1) via la ligne (27) et/ou au

deuxième réacteur (5) via la ligne (28) et/ou entre le deuxième réacteur (5) et le premier décanteur (9) via la ligne (29).

Dans une troisième et une quatrième variantes de ce premier schéma, on procède respectivement comme dans la première variante ou dans la deuxième variante, et en plus, on alimente un troisième réacteur (30) avec un troisième flux de dichloropropanol via la ligne (31) et un troisième flux du composé basique via la ligne (32). On soutire du réacteur (30) via la ligne (33) un flux comprenant de l'épichlorhydrine, du sel, du dichloropropanol et du composé basique qui n'ont pas réagi et on alimente un quatrième réacteur (34) avec ce flux. On alimente le quatrième réacteur (34) avec un quatrième flux de dichloropropanol via la ligne (35) et avec un quatrième flux du composé basique via la ligne (36). On soutire du quatrième réacteur (34) via la ligne (37) un flux comprenant de l'épichlorhydrine et du sel, et on alimente le premier décanteur (9) avec ce flux.

Dans différents aspects de ces troisième et quatrième variantes de ce mode de réalisation, on alimente le troisième réacteur (30) avec de la vapeur via la ligne (38) et on soutire du troisième réacteur (30) un flux contenant de l'eau et de l'épichlorhydrine via la ligne (39) et/ou on alimente le quatrième réacteur (34) avec de la vapeur via la ligne (40) et on soutire du quatrième réacteur (34) un flux contenant de l'eau et de l'épichlorhydrine via la ligne (41).

Dans ces diverses variantes, une partie des flux (18) et/ou (26) peut alimenter une purge via respectivement les lignes (42) et (43).

La Figure 2 montre un deuxième schéma d'installation utilisé pour obtenir le produit selon l'invention.

Dans une première variante de ce deuxième schéma, on alimente une colonne de séchage azeotropique (50) avec un flux contenant de l'épichlorhydrine via la ligne (51). Ce flux provient d'une ou de plusieurs lignes de l'installation décrite à la Figure 1, à savoir les lignes (17), (25) ainsi que la fraction organique des lignes (39) et (41). Ce flux contient outre l'épichlorhydrine, des produits légers c'est-à-dire dont la température d'ébullition sous une pression de 1 bar absolu est inférieure à la température d'ébullition de l'épichlorhydrine tels que l'acétaldéhyde et l'acroléine, de l'eau, des produits lourds c'est-à-dire dont la température d'ébullition sous une pression de 1 bar absolu est supérieure à la température d'ébullition de l'épichlorhydrine et inférieure à la température du dichloropropanol, tels que le glycidol, le 2-chloro-2-propène-1-ol, l'hydroxyacétone, la chloroacétone, le 1,3-dichloropropane, le 1,3-dichloropropène, le 1,2,3-trichloropropane, la 2-méthyl-

2-cyclopentèn-1-one, de la cyclopentanone, du 2-chloroéthanol et du chloropropanol, et des produits super lourds c'est-à-dire dont la température d'ébullition sous une pression de 1 bar absolu est supérieure à la température d'ébullition du dichloropropanol, tels que du monochloropropanediol et des oligomères de glycérol partiellement chlorés et/ou estérifiés.

On soutire de la colonne (50) via la ligne (52) un flux contenant de l'eau, de l'épichlorhydrine, des produits légers et des produits lourds formant un azéotrope avec l'eau, et on alimente avec ce flux un condenseur (53) puis un décanteur (55) via la ligne (54). On soutire du décanteur (55) via la ligne (56) de l'eau et via la ligne (57) de l'épichlorhydrine saturée en eau. Une première partie du flux soutiré via la ligne (57) alimente optionnellement la colonne de distillation (50) via la ligne (58). Une deuxième partie du flux soutiré via la ligne (57) alimente une deuxième colonne de distillation (60) via la ligne (59). On soutire de la deuxième colonne (60) un flux via la ligne (61) qui contient essentiellement des produits légers. On soutire de la deuxième colonne de distillation (60) via la ligne (62) un flux d'épichlorhydrine et on alimente la première colonne de distillation (50) avec ce flux.

On soutire de la colonne (50) via la ligne (63) un flux épuré en eau et on alimente une troisième colonne de distillation (64) avec ce flux.

On soutire de la troisième colonne (64) via la ligne (65) un flux contenant de l'épichlorhydrine, des produits légers et des produits lourds. Ce flux alimente une quatrième colonne de distillation (66) dont on soutire via la ligne (67) un flux contenant essentiellement les produits légers. Une partie de ce flux peut être retournée à la première colonne de distillation (50) via la ligne (68). On soutire de la quatrième colonne de distillation (66) via la ligne (69) un flux appauvri en composés légers et on alimente une cinquième colonne de distillation (70) avec ce flux. On soutire de la cinquième colonne de distillation (70) via la ligne (71) de l'épichlorhydrine épurée et via la ligne (72) un flux comprenant des produits lourds dont une partie peut être renvoyée dans la troisième colonne de distillation (64) via la ligne (73).

On soutire de la troisième colonne (64) via la ligne (74) un flux comprenant des produits lourds, du dichloropropanol et des produits super lourds et on alimente une sixième colonne de distillation (75) avec ce flux. On soutire de la sixième colonne de distillation (75) via la ligne (76) un flux contenant des produits lourds et via la ligne (77) un flux contenant du dichloropropanol et des

produits superlourds et on alimente une septième colonne de distillation (78) avec ce flux.

On soutire de la septième colonne de distillation (78) via la ligne (79) un flux de dichloropropanol et via la ligne (80) un flux contenant des produits superlourds. Le flux de dichloropropanol collecté via la ligne (79) peut être renvoyé dans un ou plusieurs des réacteurs (1), (5), (30) et (34) de l'installation décrite à la Figure 1.

Dans une deuxième variante du deuxième schéma, on procède comme dans la première variante sauf que les lignes et colonnes (74) à (80) sont absentes et on soutire de la troisième colonne (64) via la ligne (81) un flux comprenant des produits lourds, du dichloropropanol et des produits super lourds et on alimente une huitième colonne de distillation (82) avec ce flux. On soutire de la huitième colonne de distillation (82) via la ligne (83) un flux contenant des produits super lourds, et via la ligne (84) un flux contenant des produits lourds et du dichloropropanol, et on alimente une neuvième colonne de distillation (85) avec ce flux.

On soutire de la neuvième colonne de distillation (85) via la ligne (86) un flux de dichloropropanol et via la ligne (87) un flux contenant des produits lourds. Le flux de dichloropropanol collecté via la ligne (86) peut être renvoyé dans un ou plusieurs des réacteurs (1), (5), (30) et (34) de l'installation décrite à la Figure 1.

Dans une troisième variante de ce deuxième schéma, on procède comme dans la première variante sauf que les lignes et colonnes (65) à (73) sont absentes.

On soutire de la troisième colonne (64) via la ligne (88) un flux contenant de l'épichlorhydrine, des produits légers et des produits lourds. Ce flux alimente une dixième colonne de distillation (89) dont on soutire via la ligne (90) un flux contenant des produits lourds. Une partie de ce flux peut être retournée à la troisième colonne de distillation (64) via la ligne (91). On soutire de la dixième colonne de distillation (89) via la ligne (92) un flux contenant de l'épichlorhydrine et des produits légers et on alimente une onzième colonne de distillation (93) avec ce flux. On soutire de la onzième colonne de distillation (93) via la ligne (94) un flux d'épichlorhydrine épurée et via la ligne (95) un flux contenant des composés légers. Une partie de ce flux peut être renvoyée à la première colonne de distillation (50) via la ligne (96).

Dans une quatrième variante du deuxième schéma, on procède comme dans la deuxième variante sauf que les lignes et colonnes (65) à (73) sont absentes.

On soutire de la troisième colonne (64) via la ligne (88) un flux contenant de l'épichlorhydrine, des produits légers et des produits lourds. Ce flux alimente une dixième colonne de distillation (89) dont on soutire via la ligne (90) un flux contenant des produits lourds. Une partie de ce flux peut être retournée à la troisième colonne de distillation (64) via la ligne (91). On soutire de la dixième colonne de distillation (89) via la ligne (92) un flux contenant de l'épichlorhydrine et des produits légers et on alimente une onzième colonne de distillation (93) avec ce flux. On soutire de la onzième colonne de distillation (93) via la ligne (94) un flux d'épichlorhydrine épurée et via la ligne (95) un flux contenant des composés légers. Une partie de ce flux peut être renvoyée à la première colonne de distillation (50) via la ligne (96).

La Figure 3 montre un troisième schéma d'installation utilisé pour obtenir le produit selon l'invention.

Dans une première variante de ce troisième schéma, on alimente une première colonne de distillation (100) avec un flux contenant de l'épichlorhydrine via la ligne (101). Ce flux provient d'une ou de plusieurs lignes de l'installation décrite à la Figure 1, à savoir les lignes (17) et (25), et la fraction organique des lignes (39) et (41). Ce flux contient outre l'épichlorhydrine, des produits légers c'est-à-dire dont la température d'ébullition sous une pression de 1 bar absolu est inférieure à la température d'ébullition de l'épichlorhydrine tels que l'acétaldéhyde et l'acroléine, de l'eau, des produits lourds c'est-à-dire dont la température d'ébullition sous une pression de 1 bar absolu est supérieure à la température d'ébullition de l'épichlorhydrine et inférieure à la température du dichloropropanol, tels que le glycidol, le 2-chloro-2-propène-1-ol, l'hydroxyacétone, la chloroacétone, le 1,3-dichloropropane, le 1,3-dichloropropène, le 1,2,3-trichloropropane, la 2-méthyl-2-cyclopenten-1-one, de la cyclopentanone, du 2-chloroéthanol et du chloropropanol, du dichloropropanol, et des produits super lourds c'est-à-dire dont la température d'ébullition sous une pression de 1 bar absolu est supérieure à la température d'ébullition de du dichloropropanol, tels que du monochloropropanediol et des oligomères de glycérol partiellement chlorés et/ou estérifiés.

On soutire de la colonne de distillation (100) via la ligne (102) un flux contenant de l'épichlorhydrine, de l'eau, des composés légers et des composés lourds, et on alimente une colonne de séchage azéotropique (103) avec ce flux. On soutire de la colonne de séchage (103) via la ligne (104) un flux contenant de l'épichlorhydrine et de l'eau que l'on envoie dans un décanteur (107) via un condenseur (105) et via la ligne (106). On soutire du condenseur (107) via la ligne (108) un flux contenant majoritairement de l'eau et via la ligne (109) un flux contenant majoritairement de l'épichlorhydrine que l'on renvoie à la colonne de distillation (100).

On soutire de la colonne de séchage azéotropique (103) via la ligne (110) un flux contenant de l'épichlorhydrine, des composés légers et des composés lourds et on alimente une troisième colonne de distillation (111) avec ce flux. On soutire de la deuxième colonne de distillation (111) via la ligne (112) un flux contenant des composés légers et via la ligne (113) un flux contenant de l'épichlorhydrine et des composés lourds et on alimente une troisième colonne de distillation (114) avec ce flux. On soutire de la colonne (114) via la ligne (115) un flux constitué d'épichlorhydrine épurée et via la ligne (116) un flux contenant des composés lourds que l'on recycle à la première colonne de distillation (100).

On soutire de la première colonne de distillation (100) via la ligne (117) un flux contenant du dichloropropanol, des composés lourds et des composés super lourds et on alimente une cinquième colonne de distillation (118) avec ce flux. On soutire de la colonne (118) via la ligne (119) un flux contenant les composés super lourds et via la ligne (120) un flux contenant du dichloropropanol et des composés lourds et on alimente une sixième colonne de distillation (121) avec ce flux. On soutire de la colonne (121) via la ligne (122) un flux contenant majoritairement du dichloropropanol et via la ligne (123) un flux contenant essentiellement des composés lourds.

Le flux de dichloropropanol collecté via la ligne (122) peut être renvoyé dans un ou plusieurs des réacteurs (1), (5), (30) et (34) de l'installation décrite à la Figure 1.

Dans une deuxième variante du troisième schéma, on procède comme dans la première variante sauf que les lignes et colonnes (117) à (123) sont absentes et on soutire de la première colonne (100) via la ligne (124) un flux comprenant des produits lourds, du dichloropropanol et des produits superlourds et on alimente une septième colonne de distillation (125) avec ce flux. On soutire de la

septième colonne de distillation (125) via la ligne (126) un flux contenant des produits lourds, et via la ligne (127) un flux contenant des produits super lourds et du dichloropropanol, et on alimente une huitième colonne de distillation (128) avec ce flux.

5 On soutire de la huitième colonne de distillation (128) via la ligne (129) un flux de dichloropropanol et via la ligne (130) un flux contenant des produits super lourds. Le flux de dichloropropanol collecté via la ligne (129) peut être renvoyé dans un ou plusieurs des réacteurs (1), (5), (30) et (34) de l'installation décrite à la Figure 1.

10 Dans une troisième variante du troisième schéma, on procède comme dans la première variante sauf que les lignes et colonnes (110) à (116) sont absentes.

 On soutire de la colonne de séchage (103) via la ligne (131) un flux contenant de l'épichlorhydrine, des produits légers et des produits lourds. Ce flux alimente une neuvième colonne de distillation (132) dont on soutire via la
15 ligne (133) un flux contenant des produits lourds. On soutire de la neuvième colonne de distillation (132) via la ligne (134) un flux contenant de l'épichlorhydrine et des produits légers et on alimente une dixième colonne de distillation (135) avec ce flux. On soutire de la dixième colonne de distillation (135) via la ligne (136) un flux d'épichlorhydrine épurée et via la
20 ligne (137) un flux contenant des composés légers.

 Dans une quatrième variante du troisième schéma, on procède comme dans la deuxième variante sauf que les lignes et colonnes (110) à (116) sont absentes.

 On soutire de la colonne de séchage (103) via la ligne (131) un flux contenant de l'épichlorhydrine, des produits légers et des produits lourds. Ce
25 flux alimente une huitième colonne de distillation (132) dont on soutire via la ligne (133) un flux contenant des produits lourds. On soutire de la huitième colonne de distillation (132) via la ligne (134) un flux contenant de l'épichlorhydrine et des produits légers et on alimente une neuvième colonne de distillation (135) avec ce flux. On soutire de la neuvième colonne de
30 distillation (135) via la ligne (136) un flux d'épichlorhydrine épurée et via la ligne (137) un flux contenant des composés légers.

 D'autres variantes des différents modes de réalisation peuvent être aisément envisagées.

 L'invention se rapporte également à l'utilisation du produit à base
35 d'épichlorhydrine comme réactif dans un procédé de fabrication de résines époxy, de glycérine synthétique, de résines polyamide-épichlorhydrine, de

spécialités chimiques pour le traitement des eaux telles que les polyacrylamides, les polyamines et les sels d'ammonium quaternaires, d'élastomères de l'épichlorhydrine tels que les homopolymères de l'épichlorhydrine, les copolymères épichlorhydrine-oxyde d'éthylène et les terpolymères épichlorhydrine-oxyde d'éthylène-éther d'allyle et de glycidyle, d'éthers de glycidyle tels que les éthers de glycidyle et de crésyle, de butyle, de décyle ou de dodécyle, de surfactants, de retardateurs de flamme tels que les retardateurs de flamme phosphorylés, de résines pour la production du papier résistant à l'eau et d'acrylates et de méthacrylates de glycidyle.

10 Exemple

On a alimenté de manière continue un réacteur à double enveloppe thermostatisé en verre de 305 ml de volume utile, avec de la soude caustique 47,2 % en poids et avec un mélange aqueux de dichloropropanol, mélange préparé au départ de glycérol et d'acide chlorhydrique concentré en présence d'un acide organique selon le brevet WO2005/054167 de SOLVAY SA. Le mélange contenait 575 g d'eau/kg, 404,6 g de 1,3-dichloro-2-propanol/kg, 20,1 g de 2,3-dichloro-1-propanol/kg, 0,14 g d'acroléine/kg, 0,13 g d'épichlorhydrine /kg, 0,04 g de 1,2,3-trichloropropane/kg, 0,04 g de chloroacétone/kg et 0,03 g d'un éther de formule brute $C_6H_{10}O_2Cl_2$ /kg. La soude a été introduite à un débit de 262 g/h et le mélange aqueux de dichloropropanol a été introduit à un débit de 1180 g/h. Le milieu réactionnel a été constamment maintenu à 25°C sous agitation vigoureuse. Le mélange liquide sortant du réacteur par débordement continu a été collecté et ensuite décanté en mode discontinu dans une ampoule en verre de façon à obtenir une première fraction décantée et une deuxième fraction décantée. 3753 g de première fraction décantée (MEL1) ont été soumis à une distillation batch sous un vide de 193 mbar. La distillation batch ont été réalisés à l'aide d'un ballon équipé d'un barreau magnétique, d'un thermocouple pour la mesure de température du liquide et d'une colonne de distillation à plateaux surmontée d'un dispositif permettant de refluer en haut de colonne une partie du distillat. La colonne à plateaux en verre comporte 5 plateaux de 30 mm de diamètre percé d'un trou centré de 10 mm de diamètre d'ouverture interne pour l'écoulement du liquide et de trois rangées de petit trous de environ 0,8 mm de diamètre à distance régulière de moins de 1 mm entre chaque trou placés en arc de cercle sur trois quart de la circonférence. L'espacement entre les plateaux est de 30 mm. La colonne est adiabatique (double enveloppe en verre sous vide). Un thermocouple placé dans

le haut de la colonne à distiller permet une mesure de la température de la phase gazeuse distillée. Le distillat est collecté dans une ampoule à robinet. Une première fraction de distillation a été collectée entre 49°C et 67°C et a donné après décantation 425 g d'une phase organique (D1 org) et 159 g d'une phase aqueuse (D1 aq). La phase organique (D1 org) a été rassemblée avec le contenu du bouilleur pour donner le mélange (MEL2) qui a ensuite été distillé sous une pression de 187°C. Une deuxième fraction de distillation a été récoltée entre 66°C et 67°C et a conduit après décantation à 244 g d'une phase organique (D2 org) et 11,5 g d'une phase aqueuse (D2aq). Un corps de distillation de 2082 g d'épichlorhydrine à 999,5 g/kg a ensuite été collecté (D3) à la température de 67°C. Le mélange constituant le bouilleur final (MEL3) pèse 1226 g et ne contient qu'une très faible fraction de l'épichlorhydrine mise en œuvre. La phase organique D2 org et le bouilleur MEL3 pourraient être recyclés dans des opérations de distillation afin de récupérer pour valorisation respectivement l'épichlorohydrine et un mélange de 1,3-dichloro-2-propanol et de 2,3-dichloro-1-propanol. Les compositions (g/kg) mises en œuvre et obtenues dans les opérations de distillation sont décrites dans le tableau 1.

Tableau 1

	MEL1	D1 org	D1 aq	MEL2	D2 org	D2 aq	D3	MEL3
Acroléine	0,12	0,61	0,13	0,076	0,99	0,12	0,050	0,006
Acétone	0,006	0,024	0,02	< 0,005	0,027	0,01	< 0,01	< 0,005
Isopropanol	0,032	0,124	n.d	0,014	0,15	n.d	< 0,005	n.d
2-Chloropropane	0,047	0,021	n.d	< 0,005	0,012	n.d	n.d	n.d
Alcool allylique		0,003	n.d	n.d	0,003	n.d	n.d	n.d
2,3-epoxybutane	< 0,005	0,008	n.d	n.d	0,010	n.d	n.d	n.d
C4H8O	< 0,005	0,010	n.d	n.d	0,012	n.d	n.d	n.d
2-butanone	< 0,005	0,003	n.d	n.d	0,005	n.d	n.d	n.d
Hydroxyacétone	n.d		n.d	n.d	0,001	n.d	n.d	n.d
Chloroéthanol	n.d	0,005	n.d	n.d	0,001	n.d	n.d	n.d
Chloroacétone	0,039	0,025	n.d	0,039	0,034	0,03	0,05	0,019
Epichlorhydrine	653	982	46	666	989	36	999,5	29
Glycidol	0,06	0,000	n.d	0,07	n.d	n.d	n.d	0,24
2-chloropropène-2-ol-1	< 0,005	0,005	0,16	< 0,005	0,008	0,04	< 0,01	0,005
1,3-Dichloropropène cis	n.d	0,003	0,03	< 0,005	0,003	0,02	< 0,01	< 0,005
1,3-Dichloropropène trans	n.d	0,005	n.d	< 0,005	0,009	n.d	< 0,01	< 0,005
1,1,1-Trichloropropane	< 0,005	n.d	n.d	< 0,005	n.d	n.d	n.d	0,002
Cyclopentanone	0,021	n.d	n.d	0,023	n.d	n.d	< 0,01	0,021
3-Chloro-1-propanol	0,013	0,000	n.d	0,020	n.d	n.d	n.d	0,016
1,3,3-Trichloropropène cis	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	< 0,005
C4H7ClO2	n.d	0,000	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	< 0,005
Ethylbenzène	< 0,005	0,000	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	< 0,005
1,3-Dichloropropan-2-ol	251	0,364	0,27	271	0,013	0,82	0,010	789
2-méthyl-2-cyclopentène-1-one	n.d	n.d	n.d	< 0,005	n.d	n.d	n.d	< 0,005

	MEL1	D1 org	D1 aq	MEL2	D2 org	D2 aq	D3	MEL3
1,2,3-Trichloropropane	0,16	n.d	n.d	0,018	n.d	n.d	n.d	0,015
2,3-dichloro-1-propanol + 3-chloro-1,2-propanediol	56	1,94	36,42	61	0,046	21	n.d	174
Phénol	0,011	n.d	n.d	0,012	n.d	n.d	n.d	0,035
C6H8O2	<0,005	n.d	n.d	<0,005	n.d	n.d	<0,01	0,008
C6H12OC12	0,056	n.d	n.d	0,060	n.d	n.d	n.d	0,051
3,5-dimethyl-2-Cyclohexén-1-one	0,011	n.d	n.d	0,012	n.d	n.d	n.d	0,035
C6H9C13O2	0,031	n.d	n.d	0,034	n.d	n.d	n.d	0,102
1-Phénoxy-2-propanone	0,88	n.d	n.d	0,078	n.d	n.d	n.d	1,754
C6H10C12O2	0,076	0,002	n.d	0,101	n.d	n.d	n.d	0,325
C9H9C13	<0,005	n.d	n.d	<0,005	n.d	n.d	n.d	0,012
C6H11O2C13	0,74	n.d	n.d	0,81	n.d	n.d	n.d	2,95
C9H15O2C12+C9H17O4C13	<0,005	n.d	n.d	<0,005	n.d	n.d	n.d	0,56
Somme des inconnus	0,27	0,07	0,16	0,31	0,08	n.d	n.d	1,07
Méthylglycidyléther	0,02	n.d	n.d	0,03	0,03	n.d	0,04	
H2O	37	14,0	n.d	2,32	9,9	n.d	0,32	0,33

n.d. = non détecté

RE V E N D I C A T I O N S

1 - Produit contenant de l'épichlorhydrine et au moins un hydrocarbure halogéné en une teneur de moins de 1 g d'hydrocarbure halogéné par kg de produit.

5 2 - Produit selon la revendication 1 selon lequel l'hydrocarbure halogéné est sélectionné parmi les hydrocarbures halogénés suivants :

- le trichloropropane en une teneur d'au moins 0,001 g/kg de produit à base d'épichlorhydrine et d'au plus 0,05 g/kg
- 10 ▪ le chloropropène en une teneur d'au moins 0,001 g/kg de produit à base d'épichlorhydrine et d'au plus 0,05 g/kg
- le dichloropropène en une teneur d'au moins 0,001 g/kg de produit à base d'épichlorhydrine et d'au plus 0,05 g/kg
- le dichloropropane en une teneur d'au moins 0,001 g/kg de produit à base d'épichlorhydrine et d'au plus 0,05 g/kg
- 15 ▪ le dichloropropanol en une teneur d'au moins 0,001 g/kg de produit à base d'épichlorhydrine et de moins de 1 g/kg
- le monochloropropanediol en une teneur d'au moins 0,001 g/kg de produit à base d'épichlorhydrine et de moins de 0,5 g/kg
- 20 ▪ les chloroéthers en une teneur d'au moins 0,001 g/kg de produit à base d'épichlorhydrine et d'au plus 0,5 g/kg

3 - Produit selon la revendication 1 ou 2 contenant au moins un des composés suivants

- de l'acroléine en une teneur d'au moins 0,001 g/kg de produit à base d'épichlorhydrine et de moins de 0,07 g/kg
- 25 ▪ du méthyl glycidyl éther en une teneur d'au moins 0,001 g/kg de produit à base d'épichlorhydrine et de moins de 0,05 g/kg

- de la chloroacétone en une teneur d'au moins 0,001 g/kg de produit à base d'épichlorhydrine et de moins de 0,05 g/kg
- du glycérol, de l'hydroxyacétone et du glycidol dont la somme des teneurs est d'au moins 0,001 g/kg de produit à base d'épichlorhydrine et de moins de 0,1 g/kg.

4 - Produit selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 contenant plus de 900 g d'épichlorhydrine par kg de produit.

5 - Procédé de fabrication du produit selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 comprenant les étapes suivantes :

- a) on fait réagir dans un milieu réactionnel liquide, un mélange de dichloropropanol contenant du 1,3-dichloro-2-propanol et du 2,3-dichloro-1-propanol dans lequel la teneur en 1,3-dichloro-2-propanol rapportée à la somme des teneurs en 1,3-dichloro-2-propanol et en 2,3-dichloro-1-propanol est d'au moins 10 % en poids, avec au moins un composé basique pour former l'épichlorhydrine et un sel, et
- b) on soumet au moins une partie du milieu réactionnel liquide de l'étape a), à une opération de décantation dans laquelle on sépare au moins une première fraction contenant la majorité de l'épichlorhydrine qui était contenue dans la partie du milieu réactionnel de l'étape a) avant l'opération de décantation et une deuxième fraction contenant la majorité du sel qui était contenu dans la partie du milieu réactionnel de l'étape a) avant l'opération de décantation, et
- c) on soumet la première fraction séparée à l'étape b) à au moins un traitement supplémentaire choisi parmi les opérations de dilution, de concentration, d'évaporation, de distillation, de stripping, d'extraction liquide-liquide, et d'adsorption, seules ou en combinaison.

6 - Procédé selon la revendication 5 dans lequel la réaction de l'étape a) est réalisée dans au moins deux zones réactionnelles, constituées de volumes rassemblés en une seule enveloppe ou de volumes dans des enveloppes séparées, et placés en série et/ou en parallèle.

7 - Procédé selon la revendication 6, dans lequel les volumes sont rassemblés dans une seule enveloppe, et les zones réactionnelles sont positionnées horizontalement ou verticalement les unes vis-à-vis des autres..

5 8 - Procédé selon la revendication 6 ou 7 dans lequel on alimente chacune des zones réactionnelles avec le mélange de dichloropropanol et/ou avec le composé basique.

9 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 5 à 8, dans lequel, à l'étape c), on soumet la première fraction séparée à l'étape b) à au moins un des traitements sélectionnés parmi :

- 10 ▪ un traitement comprenant au moins une opération d'extraction liquide-liquide par une composition aqueuse, et dans lequel on sépare une première part contenant la majorité de l'épichlorhydrine qui était contenue dans la première fraction séparée à l'étape b) avant l'opération d'extraction et une deuxième part contenant majoritairement de l'eau,
- 15 ▪ un traitement comprenant au moins deux opérations de distillation, de préférence au moins deux opérations de distillation dont l'une au moins est une opération de séchage par distillation azéotropique, et on obtient, à l'issue du traitement, au moins une première portion contenant la majorité de l'épichlorhydrine qui était contenue dans la première fraction avant les
- 20 opérations de distillation,
- à un traitement qui comprend au moins une opération d'adsorption et au moins une opération de distillation, et on obtient, à l'issue du traitement, au moins une première tranche contenant la majorité de l'épichlorhydrine qui était contenue dans la première fraction avant le traitement.

25 10 - Procédé selon l'une quelconque des revendications 5 à 8, dans lequel la première fraction séparée à l'étape b) contient du dichloropropanol et on soumet la dite fraction à au moins un des traitements sélectionnés parmi :

- 30 ▪ un traitement comprenant au moins une opération d'extraction liquide-liquide par une composition aqueuse et dans lequel on sépare une première part contenant la majorité de l'épichlorhydrine qui était contenue dans la première fraction séparée à l'étape b) avant l'opération d'extraction et une deuxième part contenant majoritairement de l'eau,

- un traitement comprenant au moins deux opérations de distillation, de préférence au moins deux opérations de distillation dont l'une au moins est une opération de séchage par distillation azéotropique, et on obtient, à l'issue du traitement, au moins une première portion contenant la majorité de l'épichlorhydrine qui était contenue dans la première fraction avant les opérations de distillation et au moins une deuxième portion contenant la majorité du dichloropropanol qui était contenu dans la première fraction avant les opérations de distillation,
- un traitement qui comprend au moins une opération d'adsorption et au moins une opération de distillation, et on obtient, à l'issue du traitement, au moins une première tranche contenant la majorité de l'épichlorhydrine qui était contenue dans la première fraction avant le traitement et au moins une deuxième tranche contenant la majorité du dichloropropanol qui était contenue dans la première fraction avant le traitement.

11 - Procédé selon la revendication 9 ou 10 dans lequel l'opération d'extraction est menée à contre-courant dans une colonne d'extraction et dans lequel la deuxième part est au moins partiellement recyclée à l'étape a), et/ou entre les étapes a) et b) du procédé.

12 - Procédé selon la revendication 10 ou 11, dans lequel la deuxième part ou la deuxième portion sont au moins partiellement recyclées à l'étape a) du procédé.

13 - Utilisation du produit selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 comme réactif dans un procédé de fabrication de résines époxy, de glycérine synthétique, de résines polyamide-épichlorhydrine, de spécialités chimiques pour le traitement des eaux, d'élastomères de l'épichlorhydrine, d'éthers de glycidyle, de surfactants, de retardateurs de flamme, de résines pour la production du papier résistant à l'eau et d'acrylates et de méthacrylates de glycidyle.

Fig. 1

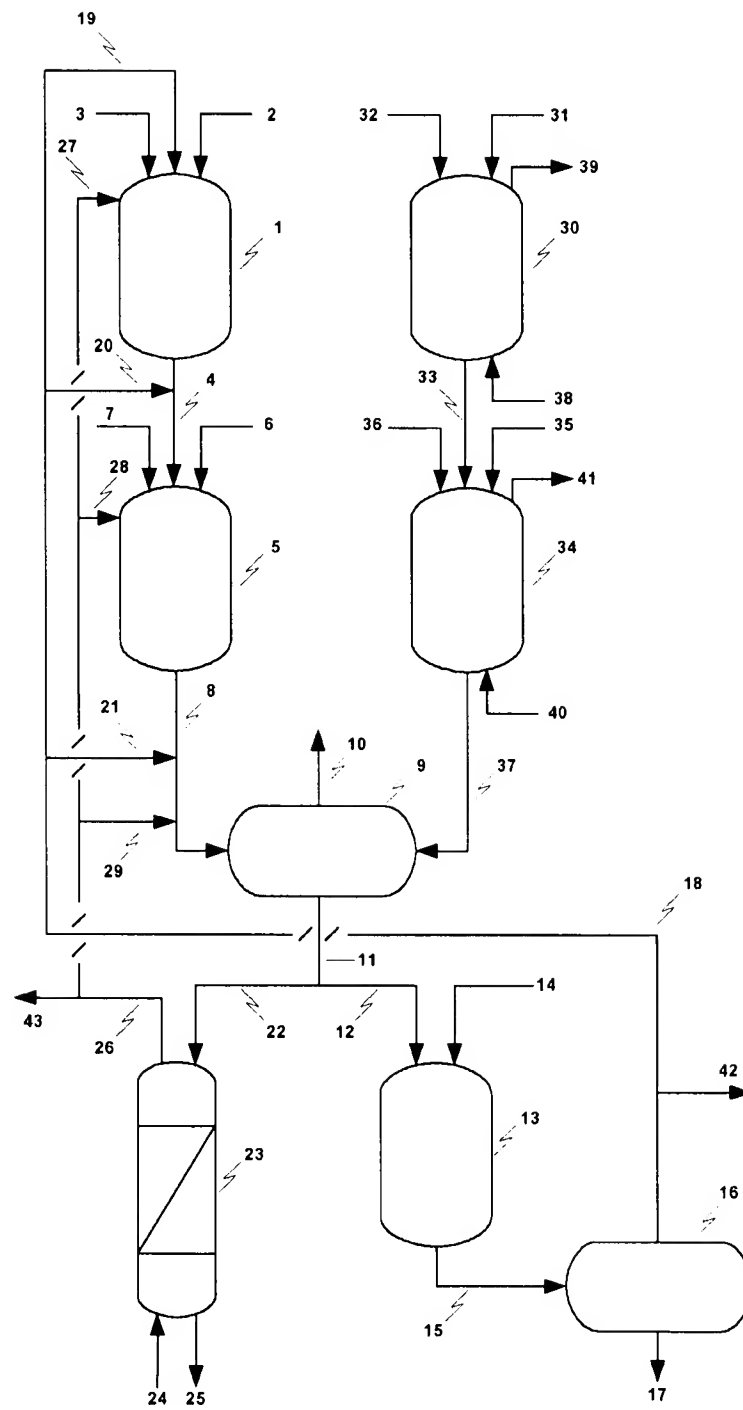


Fig 2.

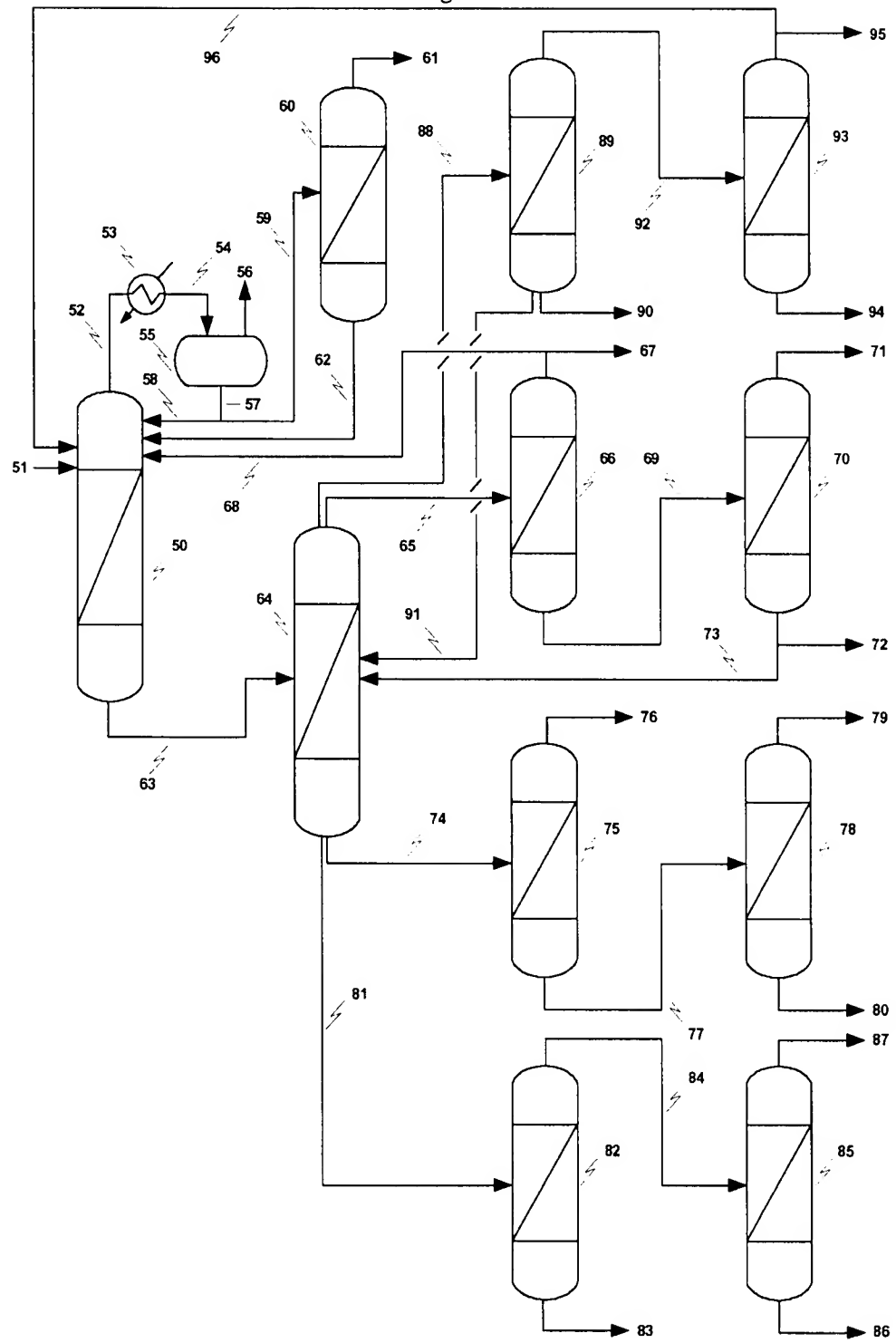
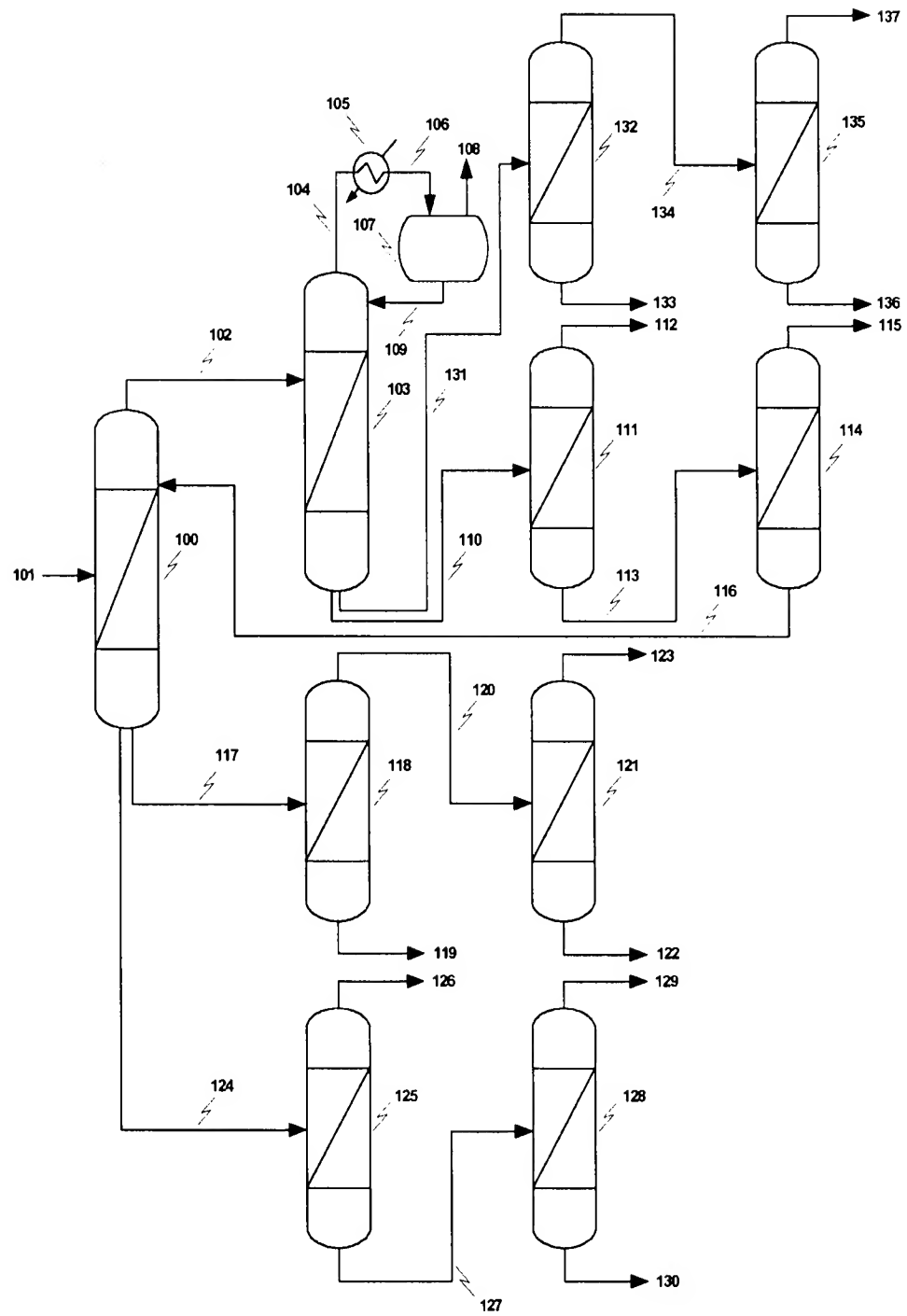


Fig. 3



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 693702
FR 0755696

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	FR 2 885 903 A (SOLVAY [BE]) 24 novembre 2006 (2006-11-24) * page 2, ligne 32 - page 3, ligne 19 * * page 6, ligne 1-5 * * revendications 2,11-13 * * page 1, ligne 3-20 * -----	1-13	C07D303/08 C07D301/26 C07D301/32
X	GB 2 173 496 A (INST CIEZKIEJ SYNTEZY ORGA; ORGANIKA ZACHEM ZAKLADY CHEMIC) 15 octobre 1986 (1986-10-15) * revendications 1-5 * * page 1, ligne 65 - page 2, ligne 20 * * page 2; exemple II * -----	1-13	
X	EP 0 919 551 A (SOLVAY [BE]) 2 juin 1999 (1999-06-02) * revendications 1-9 * * colonne 1, alinéa 3-7 * * colonne 4, alinéa 27-29 * * colonne 6, alinéa 41 * * colonne 8, alinéa 56 * -----	1-13	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
X	EP 1 059 278 A (SHOWA DENKO KK [JP]) 13 décembre 2000 (2000-12-13) * page 6, alinéas 57,58 * * revendication 12 * * page 2, alinéa 2 * -----	1-13	C07D
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
25 janvier 2008		Marzi, Elena	
<p>CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons ----- & : membre de la même famille, document correspondant</p>			

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0755696 FA 693702

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 25-01-2008

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR 2885903	A	24-11-2006	CN 1993308 A	04-07-2007
GB 2173496	A	15-10-1986	AUCUN	
EP 0919551	A	02-06-1999	BE 1011576 A3	09-11-1999
			BR 9805043 A	01-02-2000
			CN 1224010 A	28-07-1999
			CZ 9803888 A3	16-06-1999
			DE 69811612 D1	03-04-2003
			DE 69811612 T2	27-11-2003
			IL 127057 A	21-04-2002
			JP 11228555 A	24-08-1999
			PL 329895 A1	07-06-1999
			TW 495507 B	21-07-2002
			US 6288248 B1	11-09-2001
EP 1059278	A	13-12-2000	AT 283833 T	15-12-2004
			CN 1282725 A	07-02-2001
			DE 60016314 D1	05-01-2005
			DE 60016314 T2	01-12-2005
			TW 548262 B	21-08-2003